

(74) Mandataire : Cabinet Arboisse Bastide, 20, rue de Copenhagen, 67000 Strasbourg.

(73) Titulaire : Idem (71)

(72) Inventeur de : Madi Yassa Goundiama, Bernard Willer et Marc Daire.

(71) Déposant : E.N.S.C.S. (Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Strasbourg) DEPARTE-
MENT SCIENCE DES MATERIAUX, résidant en France.

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande B.O.P.L. - «Listes» n. 21 du 23-5-1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(22) Date de dépôt 27 octobre 1978, à 11 h 6 mn.

(51) Classification internationale. (Int. CI 3) B 01 J 3/04; H 05 B 3/10, 3/62.

(54) Autoclave de laboratoire à hautes performances.

N° 78 31246

DE BREVET D'INVENTION
DEMANDE

A1

PARIS

DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
INSTITUT NATIONAL

REPUBLIQUE FRANÇAISE

(11) N° de publication :
(A) n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

2439 616

5	La présente invention a pour objet un autoclave de gazéuse.
10	est utile pour la compression isotastique à chaud en am-
15	ou encore le chemise de corps ou poudres métalliques de même composition ou de compositions différentes. Ces opérations nécessitent des unités permettant d'atteindre simultanément des pressions élevées (2 000 bars) et des températures élevées (150°C)
20	On connaît déjà des autoclaves de ce type, constituées essentiellement par une encinte cylindrique, munie de moyens adéquats de fermeture et d'évacuation, pour des températures de 1450°C, on utilise généralement dans ces autoclaves un corps de chauffe en molybdène.
25	En premier toutefois pluieurs incovenients.
30	D'autre part, il faut prendre des précautions spéciales d'ouvrir la cuve de l'appareil après la première opération. Il y a donc fragilité cassante après la première opération. Il y a donc inconvenients en proposant un autoclave permettant de travailler avec une sécurité maximale.
35	Selon 1, invention, ce résultat est atteint en proposant un autoclave permettant de travailler avec une sécurité maximum à une température de 1 500°C et une pression de 2 000 bars du type comportant un corps cylindrique en acier dans lequel sont logés un corps de chauffe, des moyens d'isolations thermique et électrique, des moyens de mesure et de température, ledit corps cylindrique étant muni de moyens pour assurer la fermeture et l'évacuation, et également pour assurer la sécurité de l'usage.
40	et 1, étançhette de l'ensemble, caractérisée en ce que le corps de l'ensemble, étant muni de moyens pour assurer la fermeture et l'évacuation, est également pour assurer la sécurité de l'usage.

30	Le cylindre constituant le corps de l'autoclave est formé de manière continue en elle-même par un système d'obturateurs et de bouchons filetés. On peut d'ailleurs concevoir également une partie du cadre de l'invention, à utiliser sans sorte de serrure hydraulique. Un tel dispositif est connu en lui-même et ne sera pas décrit ici.
25	D'autre part, l'ensemble du corps de pression dans l'état actuel de la technique, ne permet pas d'atteindre une pression suffisamment élevée pour assurer l'extériorisation liquide dans l'autoclave. Celle-ci est soumise à une circulation continue dans l'autoclave de l'autoclaire considérable. Ainsi, pour le corps de l'autoclave on importance considérable. Ainsi, pour le corps de l'autoclave on sait que pour les bouchons de fermeture. Les obturateurs sont constitués par un acteur spécial de construction.
20	En ce qui concerne le corps de chauffe d'obturation dit, il se compose selon l'invention, d'un tube dont la partie centrale est usinée superficiellement de manière préférentielle pour obtenir une conformatio helicoïdale. La matière sera par exemple un graphite comprenant de structure très fine un graphite comprimé de manière pourront être les de très grande qualité dont les propriétés pourront être les suivantes :
15	Charge de rupture de flexion : 600 daN/cm ² Coefficient de dilatation à 100°C : 4.2 10 ⁻⁶ .K ⁻¹ Conductivité thermique : 0.5 W.cm ⁻¹ K ⁻¹ Résistivité électrique : 1500.10 ⁻⁸ ohm.cm
10	chauffe est constitué par un cylindre creux en graphite au centre duquel est placée une nacelle portant l'objet ou, le au moyen d'un mélange à traiter.

40
 35
 30
 25
 20
 15
 10
 5
 3
 2
 1

2439616
 3

Cendres : < 0,1 % (10 ppm)
 L'usinage de l'élément chauffant permet de lui conférer une résistance chauffante ne nécessitant pas l'utilisation de très fortes intensités de courant. Le graphite et les aménées de courant, l'élément chauffant sera argente à ses extrémités. On utilise également des collatères de serrage en molybdène, métal qui présente un faible coefficient de dilatation, et les aménées de courant sont réalisées en fils de cuivre très fins.
 Pour préserver au mieux les caractéristiques mécaniques de l'enclinte, il existe possiblement entre l'élément chauffant de température le plus élevé possible entre l'élément chauffant trop fortes intensités, il est nécessaire d'obtenir le gradient de température l'intérieur de l'enclinte. Le transfert de chaleur par rayonnement, qui s'effectue à travers un milieu transparent ou à travers le vide, ne semble pas pouvoir prendre beaucoup d'importance dans un appareil de ce type, si l'on prend pour occuper l'espace entre les deux surfaces chaude et froide un tube de carbone vitré, du centre à base d'alumine, et un tube de pythagoras.

Dans un dispositif conforme à l'invention, on peut utiliser par exemple successivement du tube de pythagoras, tandis que le tube de Pythagoras, qui est nécessaire de rectifier sur sa surface extrême, sera à la fois d'écran final et d'élément de remplacement pour réduire l'espace restant entre le four précédent dit et la partie de l'enveloppe.

Les caractéristiques techniques isolantes des isolants utilisés dans un autoclave conforme à l'invention peuvent être par exemple les suivantes :

Température limite d'utilisation	: 2 500°C
Limité de rupture à la compression	: 1000 à 2000 kg/cm ²
Conductivité thermique	: 83.10 ⁻³ W.cm ⁻¹ .K ⁻¹
Résistivité électrique	: 4500 MΩ .cm ⁻¹

40

2° - FONTE DE GRAPHITE :

Conductivité thermique à 1000°C : $1,7 \cdot 10^{-3} \text{ W.cm}^{-1}.K^{-1}$ (mesurée sous vide)

Conductivité thermique à 1400°C : $2,6 \cdot 10^{-3} \text{ W.cm}^{-1}.K^{-1}$ (mesurée sous vide)

3° - PYTHAGORAS :

Température limite d'utilisation : 1600°C

Conductivité thermique de 20 à 100°C : $23 \cdot 10^{-3} \text{ W.cm}^{-1}.K^{-1}$ (Le Pythagoras est un silicate d'aluminium qui a une excellente résistance aux chocs thermiques.)

10 Dans les autoclaves conformes à l'invention, les échan-

teilles sont réalisées dans une matériau à savoir le graphite, qui est tout réacteur d'interaction. Dans les cellules chauffantes, pour éviter tout risque d'interaction, que l'élément chauffant, tout comme matériaux à disposer dans une cellule usinée dans le filtre, l'échantillon sera en forme de bûche pour éviter au maximum toute interaction chimique entre l'échantillon et le gra-

phite.

20 Enfin les autoclaves selon l'invention sont réalisées de manière continue en elle-même à une installation périphérique importante ;

- une alimentation électrique ;

- un compresseur ;

- un circuit de refroidissement ;

- des organes de sécurité.

Les autoclaves selon l'invention présentent les avantages suivants :

- fragilité ou oxydation.

30 - Longue durée d'utilisation sans déterioration par - faible prix de revient ;

- fiabilité maximale ;

- constittuent en pratique un outil de travail trou- vant une application particulièrement intéressante dans les labo-

ratrices de recherche.

35 On comprendra mieux l'invention à l'aide de la descrip-

Ils constituent en pratique un outil de travail trou- vant une application particulière intéressante dans les labo-

vant une application particulière intéressante dans les labo-

fragilité ou oxydation.

- Longue durée d'utilisation sans déterioration par - faible prix de revient ;

- fiabilité maximale ;

avantages suivants :

- fragilité ou oxydation.

25 - Longue durée d'utilisation sans déterioration par - faible prix de revient ;

- fiabilité maximale ;

avantages suivants :

- fragilité ou oxydation.

30 - Longue durée d'utilisation sans déterioration par - faible prix de revient ;

- fiabilité maximale ;

avantages suivants :

- fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

30 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

30 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

30 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

30 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

30 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou oxydation.

40 - fragilité ou oxydation.

35 - fragilité ou

- La figure 1 représente une vue d'ensemble de coupe partielles d'un autoclave conforme à l'invention ;
 - La figure 2 représente une vue du système porté-échancrure ;
 - La figure 3 représente une vue en coupe du passage du thermocouple à travers le bouchon et l'obturateur supérieur ;
 - La figure 4 représente un détail des fillets de vis et d'écrou des bouchons de fermeture.
 L'autoclave se compose d'un corps de pression 1 à l'intérieur duquel sont disposes le corps de chauffe 2 et les éléments d'isolation thermique et électrique 3, un support respectivement du carbone vitreux (isolant) 4, un neutre d'alumine (isolant thermique et électrique) 5 et du pythagoras (isolant) 6.
 Le corps de chauffe 2 est maintenu à l'intérieur du corps de pression par des supports isolants 7.
 Le corps de pression 10 est traversé par un tube haute pression 12 en acier.
 L'obturateur supérieur 10 est traversé par un tube établie la pression de l'ensemble. On peut prévoir l'évacuation de certains de ces extrémités de bouchons 8 et 9 et d'obturateurs respectivement haute pression 12 en acier.
 L'obturateur supérieur 11 est traversé par un tube d'autre part. L'alimentation électrique 15 est par le thermocouple 16
 Par l'alimentation électrique 15 et par le chauffe 2 part des collecteurs en molybdène 17, 18.
 Ie thermocouple représenté figure 3, est du type platine/platine rhodié. Il sera protégé par un tube en molybdène non représenté ici.
 Les bouchons 8, 9 sont préferentiellement du type comporiant un joint en cuivre 19 et un contre-joint en acier 20.
 Entre le bouchon supérieur 8 et le corps de chauffe est disposée un isolant thermique en graphite 21 tandis que, de la même manière, on prévoit entre le bouchon inférieur 9 et le corps de chauffe 12 un isolant thermique en graphite 9 et le corps de chauffe 12 d'alumine.
 40

Enfin, l'ensemble du corps de pression est entouré d'une chemise de refroidissement 23 dans laquelle on fait circuler un liquide, comme par exemple un mélange eau/huile de cuivre. Les échantillons à traiter sont disposés dans une nacelle 24 supportée par une porte-nacelle 25 munie d'un chapeau de fermeture 26.

A titre d'exemple, on est parvenu à obtenir une fusion du nickel avec une intensité de courant de 60 ampères et sous une pression de 1 850 bars.

Enfin, on a représenté à la figure 4 un exemple de réalisation des filtres de vis et d'écrus boucages de fermeture, ledit filtre d'écrus comportant un dégagement constant pour diminuer le contact au niveau des premiers filtres et assurer en conséquence une meilleure répartition de la pression.

15

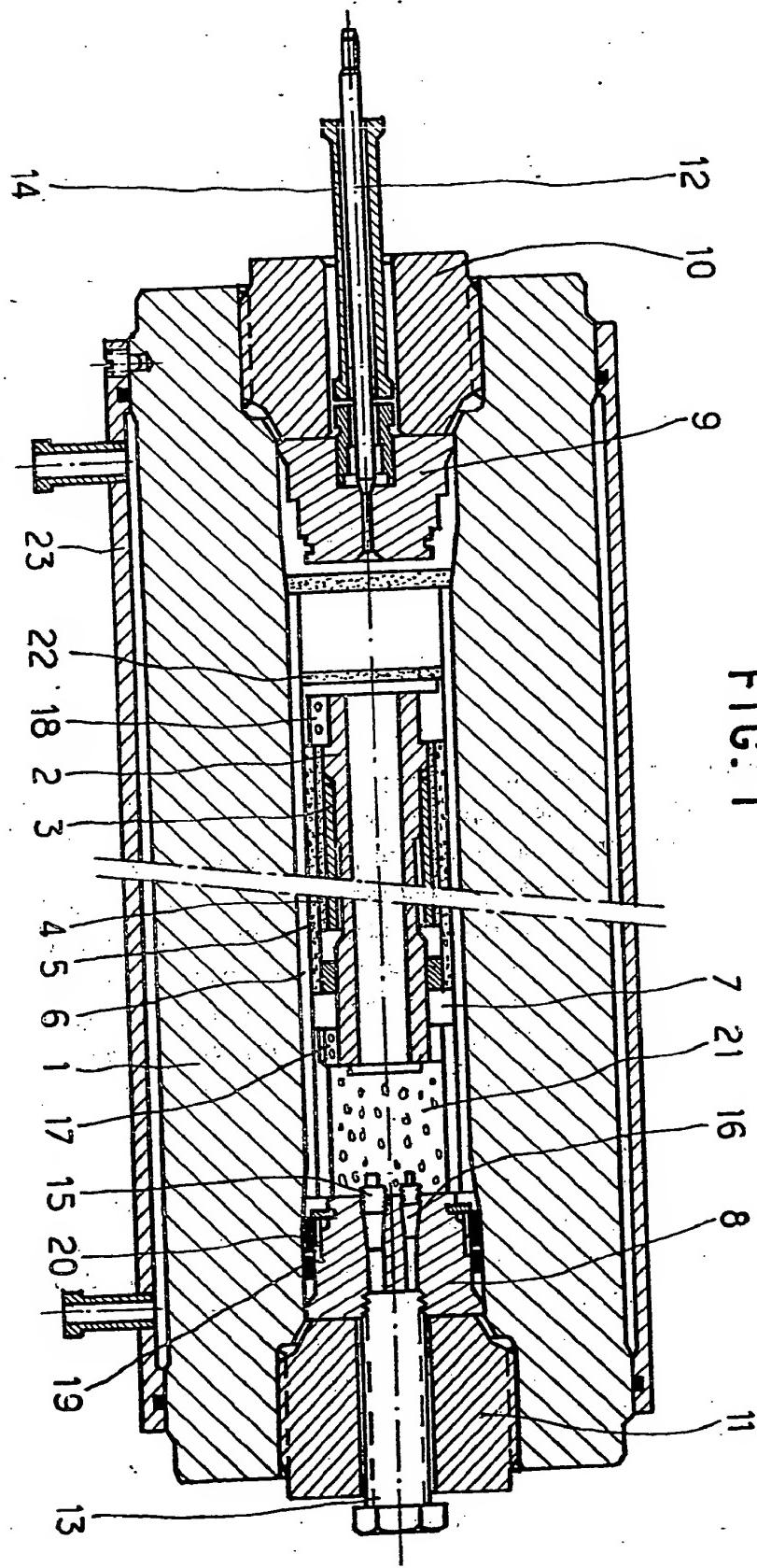
10

5

1. Autoclave de laboratoire pour la compression isostatique à chaud, du type comportant un corps cylindrique en acier dans lequel sont logés un corps de chauffe, des moyens d'isolation thermique et électrique, des moyens de mesurer la température, ledit corps cylindrique étant maintenu pour assurer la fermeture et l'éanchette de l'ensemblé, caractérisé en ce que le centre duquel est placé une accolée portant l'écharnement à traîtier.
2. Autoclave selon la revendication 1, caractérisé en ce que le corps de chauffe est constitué par un cylindre creux en croix de charrue et muni de moyens pour assurer la fermeture, ledit corps cylindrique étant maintenu de manière à tempérer, mesure et l'éanchette de l'ensemblé, caractérisé en ce que la longueur de manchette diminue à intensité du courant nécessaire.
3. Autoclave selon la revendication 2, caractérisé en ce que la partie centrale du corps de chauffe est usinée superficielle.
4. Autoclave selon 1, une goulavague des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'écharnement à traîtier est disposé dans une accolée en graphite disposée au centre du corps de chauffe.

REVENDICATIONS

FIG. 1



PL I-2

2439616

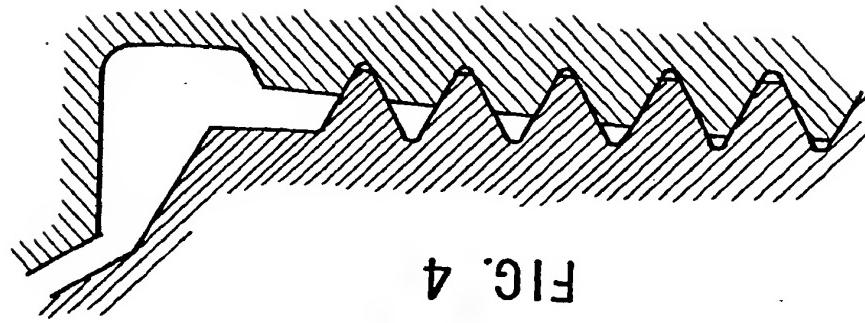


FIG. 4

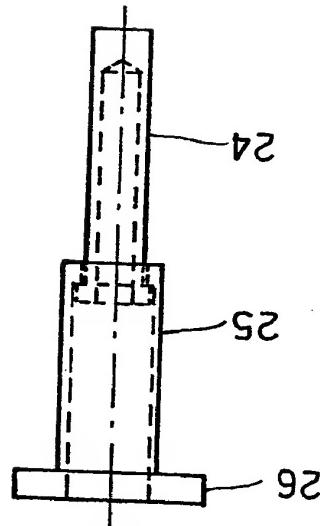


FIG. 3

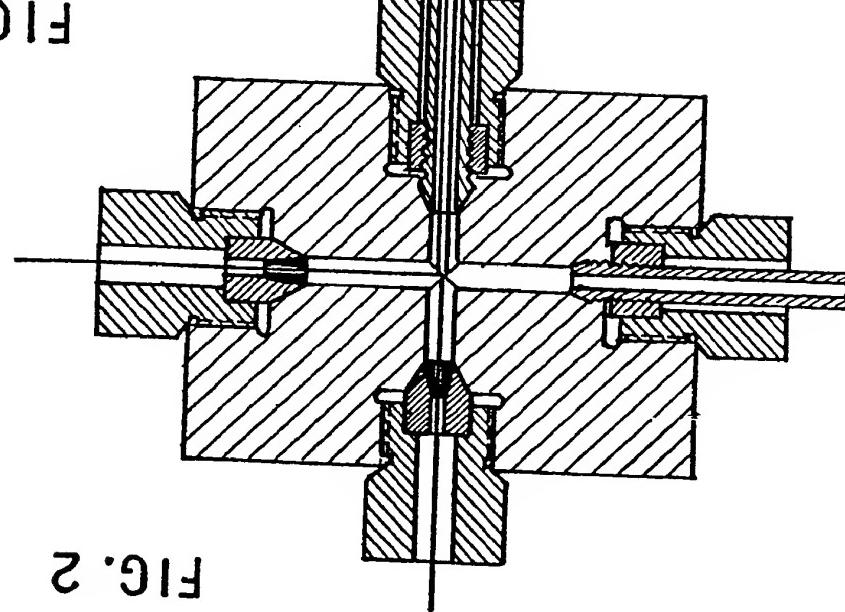


FIG. 2

2439616

Pl. II-2